



**DEUTSCHES  
PATENTAMT**

21 Aktenzeichen: P 37 30 147.0  
22 Anmeldetag: 9. 9. 87  
43 Offenlegungstag: 23. 3. 89

DE 3730147 A1

⑦ Anmelder:  
Leybold AG, 6450 Hanau, DE; Messer Griesheim  
GmbH, 6000 Frankfurt, DE

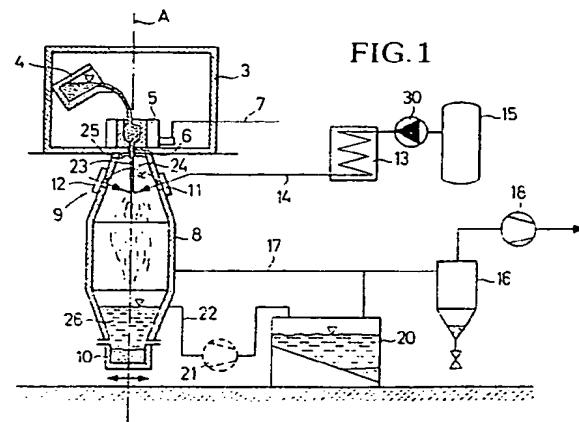
72 Erfinder:  
Jönsson, Sigurd, Dr.rer.nat., 8755 Alzenau, DE;  
Hohmann, Michael, Dipl.-Ing., 6450 Hanau, DE; Groß,  
Gerhard, Dr.-Ing., 4150 Krefeld, DE; Bergmann,  
Hans-Wilhelm, Dr.-Ing., 8501 Echental, DE

56 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE-PS	6	85	576
DE-AS	20	63	779
DE-AS	12	96	316
DE	30	34	677 A1
DE	26	32	760 A1
DE-OS	22	40	643

## 54 Verfahren zur Herstellung von Pulvern aus geschmolzenen Stoffen

Für ein Verfahren zur Herstellung von Pulvern aus geschmolzenen Stoffen durch Zerstäuben der Schmelze zu Partikeln mittels strömender Medien und Abkühlung der Partikel während ihrer Fallbewegung sind eine Schmelzkammer (3) mit einer in der Schmelzkammer (3) angeordneten Schmelzvorrichtung (4) und eine Zerstäubungsvorrichtung (9) sowie ein der Zerstäubungsvorrichtung (9) zugeordneter, an die Schmelzkammer (3) angesetzter Verdüsungsturm (8) vorgesehen, wobei zur Erzeugung von Pulver feinster Teilchengröße bei hoher Reinheit und Gleichmäßigkeit tiefstidendes verflüssigtes Gas über die Zerstäubungsvorrichtung (9) unter einem Druck von 50 bis 700 bar auf den in den Verdüsungsturm (8) eintretenden Schmelzenstrahl (23) über mehrere, in ihren Halterungen zum Schmelzenstrahl ausrichtbaren Düsen (11, 12, ...) gespritzt wird.



## 1 Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Pulvern aus geschmolzenen Stoffen durch Zerstäuben der Schmelze zu Partikeln mittels strömender Medien und Abkühlung der Partikel während ihrer Fallbewegung, mit einer Schmelzvorrichtung (4), mit einer Zerstäubungsvorrichtung (9) sowie mit einem der Zerstäubungsvorrichtung (9) zugeordneten, an die Schmelzkammer (3) angesetzten Verdüsingsturm (8), dadurch gekennzeichnet, daß tiefstiedenes verflüssigte Gas über die Zerstäubungsvorrichtung (9) unter Druck auf den in den Verdüsingsturm (8) eintretenden Schmelzenstrahl (23) gespritzt wird. 5
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das tiefstiedende verflüssigte Gas unter einem Druck von mehr als 50 bar durch eine oder mehrere auf den Schmelzenstrahl (23) gerichtete Düsen (11, 12, ...) der Zerstäubungsvorrichtung gespritzt wird, wobei ein aus einer Düse (11, 12, ...) austretender Flüssiggasstrahl und der lotrecht nach unten zu aus der Schmelzkammer ausfließende Schmelzenstrahl (23) einen Winkel ( $\alpha$ ) miteinander bilden, der kleiner als ein rechter Winkel ist. 10
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß flüssiger Stickstoff oder flüssiges Argon mit einem Druck von 50 bis 700 bar auf den Schmelzenstrahl (23) gespritzt wird. 15
4. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchsatzmenge an tiefstiedendem verflüssigtem Gas so eingestellt wird, daß die Wärmemenge, die durch das Flüssiggas der Schmelze entzogen werden kann, mehr als das Doppelte, vorzugsweise das 8- bis 10fache der Wärmemenge beträgt, die der Schmelze entzogen werden muß, um sie auf Umgebungstemperatur abzukühlen. 20
5. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schmelze unter Überdruck in den Verdüsingsturm (8) eintritt. 25
6. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schmelze unter Vakuum oder Inertgas geschmolzen wird und ohne Zutritt von Luft direkt der Verdüsing zuführbar ist. 30
7. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Verdüsingsturm (8) vorkühlbar ist. 35
8. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß vor der Verdüsing im Verdüsingsturm (8) eine Schutzgasatmosphäre einstellbar ist. 40
9. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 8, gekennzeichnet durch einen in die Druckleitung (14) zwischen der Hochdruckpumpe (29) und den Düsen (11, 12, ...) eingeschalteten Wärmetauscher (13) zur Kühlung des flüssigen Gases auf oder nahe seiner Siedetemperatur bei Normaldruck durch ein tiefstiedendes verflüssigtes Gas, vorzugsweise flüssiger Stickstoff. 45
10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Verdüsingsturm (8) gegenüber der Schmelzkammer (3) durch eine Membrane (25) oder Ventil verschlossen ist, die erst im Augenblick des Auftreffens des Schmelzenstrahls (23) aufschmilzt. 50

11. Vorrichtung nach den Ansprüchen 9 und 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsen 11, 12, ...) für das tiefstiedende verflüssigte Gas an in der Wand der Zerstäubungsvorrichtung (9) schwenkbar gelagerten Halterungen befestigt sind, wobei die Stellung der Düsen (11, 12, ...) von außen her mit hoher Genauigkeit horizontal und vertikal in einem Bereich zwischen ( $\alpha$ ) 30 bis 90° veränderbar ist. 5
12. Vorrichtung nach den Ansprüchen 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die vorzugsweise als Flachstrahldüsen ausgebildeten Düsen (11, 12, ...) in ihren Halterungen längsverschieblich gelagert sind und ihr Abstand zum Schmelzenstrahl (23) so veränderbar ist, daß eine Aufweitung des Strahls aus dem flüssigen Gas vernachlässigbar ist. 10

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Pulvern aus geschmolzenen Stoffen durch Zerstäuben der Schmelze zu Partikeln mittels strömender Medien und Abkühlung der Partikel während ihrer Fallbewegung, mit einer Schmelzvorrichtung, mit einer Zerstäubungsvorrichtung sowie mit einem der Zerstäubungsvorrichtung zugeordneten, an die Schmelzkammer mer angesetzten Verdüsingsturm.

Es ist bekannt, daß Pulver, z. B. Metallpulver, durch Verdüsen aus der Schmelze hergestellt werden können (DOS 30 34 677). Dabei wird ein Schmelzenstrahl entweder durch ein Gas oder durch eine Flüssigkeit, wie Wasser oder Öl, bei hoher relativer Geschwindigkeit des Verdüsingmediums zum Schmelzenstrahl zu feinen Tröpfchen zerrissen, die in einer nachfolgenden Kühlstrecke erstarren.

Als nachteilig bzw. einschränkend hat sich jedoch herausgestellt, daß gasverdünste Pulver nur eine grobe mittlere Teilchengröße von typischerweise 40 – 150  $\mu\text{m}$  besitzen. Auch bei den durch Ultraschall verdüsten Pulvern konnte nur eine graduelle Verringerung der mittleren Teilchengröße erreicht werden. Hinzu kommt eine nur geringe Kühlwirkung des Gases in der nachfolgenden Kühlstrecke, besonders unterhalb von ca. 600°C, die bei Legierungen aus Metallen wie z. B. Aluminiumbasismetallen zu unerwünschten Ausscheidungen während der Pulverherstellung führen können.

Bei den durch Wasser oder Öl verdüsten Pulvern lassen sich kleinere mittlere Teilchengrößen einstellen, als dies bei der Verdüsing mit Gasen möglich ist. Man erhält aber Pulver, die zumindest an der Oberfläche der Pulverteilchen unerwünschte Reaktionsprodukte, wie z. B. Oxide, Hydride, Karbide etc., aufweisen. (Bei der Gasverdüsing kann dies durch die Verwendung von Inertgasen vermieden werden.)

Zusätzliche Schwierigkeiten können sich bei den durch Wasser oder Öl verdüsten Pulvern durch die Notwendigkeit ergeben, die Pulver von dem Verdüsingmedium zu trennen.

Weiterhin ist auch ein Verfahren zur Herstellung von feinen Metallpulvern bekannt, bei dem ein Metallschmelzenstrom in eine Öffnung eines Behälters durch Einwirken eines mit Überschallgeschwindigkeit strömenden Gases eingeführt wird, wobei das Verhältnis des Gasdruckes in der Nähe der Öffnung außerhalb des Behälters und des Gasdruckes innerhalb des Behälters größer als 5 eingestellt wird und wobei das in den Behälter strömende Gas vor dem Einströmen auf eine Temperatur im Bereich zwischen dem 0,7- und 1,5fachen der Erstarrungstemperatur des Metalls (in °K) aufweist,

wobei der Schmelzstrahl zunächst in Fasern aufgeteilt wird, wobei diese Fasern im Bereich des Unterdruckes im heißen Gas zu Tröpfchen umgeformt werden und wobei diese Tröpfchen im weiteren zu kugeligen Metallpulvern erstarrten (DPS 33 11 343). Die Metallschmelze wird dabei an einer Stelle in der Behälteröffnung mit dem Gas in Berührung gebracht, an der der Gasdruck auf weniger als 60% des Druckes vor der Öffnung abgefallen ist. Dieses vorbekannte Verfahren ermöglicht es, Feinstpulver mit Teilchen-Durchmessern von weniger als 40 µm mit einer relativ engen Teilchen-DurchmesserVerteilung bei relativ geringem Energieverbrauch herzustellen.

Der vorliegenden Erfindung liegt nun die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zu finden, die geeignet ist, gasverdünnte Pulver mit einer noch feineren Teilchengröße von extremer Gleichmäßigkeit und Reinheit zu schaffen.

Erfindungsgemäß geschieht dies mit einem Verfahren, bei dem tiefstendes verflüssigtes Gas über die Zerstäubungsvorrichtung unter Druck auf den in den Verdüsingsturm eintretenden Schmelzenstrahl gespritzt wird.

Vorzugsweise steht dabei das verflüssigte Gas unter einem Druck von mehr als 50 bar und wird durch eine oder mehrere auf den Schmelzenstrahl gerichtete Düsen der Zerstäubungsvorrichtung gespritzt, wobei ein aus einer Düse austretender Flüssiggasstrahl und der lotrecht nach unten zu aus der Schmelzkammer ausfließende Schmelzenstrahl einen Winkel miteinander bilden, der kleiner als ein rechter Winkel ist.

Mit Vorteil wird flüssiger Stickstoff oder flüssiges Argon mit einem Druck von 50 bis 700 bar auf den Schmelzenstrahl gespritzt. Die Durchsatzmenge an tiefstendem verflüssigtem Gas wird zweckmäßigerweise dabei so eingestellt, daß die Wärmemenge, die durch das Flüssiggas der Schmelze entzogen werden kann, mehr als das Doppelte, vorzugsweise das 8- bis 10fache der Wärmemenge beträgt, die der Schmelze entzogen werden muß, um sie auf Umgebungstemperatur abzukühlen.

Es hat sich als zweckmäßig erwiesen, die Schmelze unter Überdruck in den Verdüsingsturm eintreten zu lassen, um sicherzustellen, daß der Schmelzenstrahl eine genau definierbare Qualität, d. h. Geschwindigkeit, Form und Gleichmäßigkeit aufweist.

Je nach den gewählten Legierungsbestandteilen kann es sich als notwendig erweisen, die Schmelze unter Vakuum zu erschmelzen und diese ohne den Zutritt von Luft-Sauerstoff direkt der Verdüsing zuzuführen. Ebenso kann es zweckmäßig sein, den Verdüsingsturm vorzukühlen und das Zerstäubungsmedium abzukühlen, damit die aus den Düsen austretenden und auf den Schmelzenstrahl gerichteten Gasstrahlen möglichst parallel bleiben.

Die Vorrichtung zur Durchführung des vorstehend beschriebenen Verfahrens weist zweckmäßigerweise einen in die Druckleitung zwischen der Hochdruckpumpe und den Düsen eingeschalteten Wärmetauscher zur Kühlung des flüssigen Gases unter seine Siedetemperatur auf.

Um unerwünschte Reaktionen zwischen der in den Kühlturm eintretenden Schmelze und der Umgebungsluft auszuschließen, kann im Verdüsingsturm mit Vor teil vor der Verdüsing eine Schutzgasatmosphäre eingestellt werden.

Um eine unerwünschte Verunreinigung des Verdüsingsturms schon vor dem Verdüsingsvorgang auszuschließen, kann der Verdüsingsturm gegenüber dem

Schmelzraum durch eine Membran oder Ventil verschlossen sein, die erst im Augenblick des Auftreffens des Schmelzenstrahls aufschmilzt.

Vorzugsweise sind die Düsen für das tiefstendende verflüssigte Gas an in der Wand des Düsenraums schwenkbar gelagerten Halterungen befestigt, wobei die Stellung der Düsen von außen her mit hoher Genauigkeit horizontal und vertikal in einem Bereich zwischen 30 bis 90° veränderbar ist.

Ebenso ist es zweckmäßig, die vorzugsweise als Flach- oder Rundstrahldüsen ausgebildeten Düsen in ihren Halterungen längsverschieblich zu lagern und ihren Abstand zum Schmelzenstrahl so verringerbar zu gestalten, daß ein Aufweiten des Strahls aus dem flüssigen Gas ausgeschlossen ist.

Die Erfindung läßt die verschiedensten Ausführungs möglichkeiten zu; eine davon ist in den anhängenden Zeichnungen schematisch näher dargestellt, und zwar zeigen:

Fig. 1 das Schema einer Anlage zur Herstellung von Pulvern aus einer Schmelze,

Fig. 2 das Schaltschema für die Versorgung der Zerstäubungsvorrichtung der Anlage nach Fig. 1 mit tiefstendem verflüssigtem Gas.

Die Anlage besteht im wesentlichen aus einer Schmelzkammer 3, einer in der Schmelzkammer 3 angeordneten Schmelzvorrichtung 4, einem beheizten Tiegel 5 mit einer Auslauföffnung 6 und einer ersten Stromzuführung 7 und einer zweiten Stromzuführung 37, die unterhalb der Schmelzkammer 3 angeordneten Verdüsingsturm 8 mit der Zerstäubungsvorrichtung 9 und dem Auffangbehälter 10, dem an die Düsen 11, 12 der Zerstäubungsvorrichtung 9 über eine Druckleitung 14 mit Hochdruckpumpe 30 und einen in diese eingeschalteten Kühler 13 angeschlossenen Gas-Vorratsbehälter 15, dem Zyklon 16 mit Absaugleitung 17 und Absauggebläse 18 und schließlich dem Pulver-Sammler 20 mit der in die Saugleitung 22 eingeschalteten Saugpumpe 21.

Wie Fig. 2 zeigt, können anstelle eines einzigen Gas-Vorratsbehälters 15 auch zwei Gas-Vorratsbehälter 15, 15' vorgesehen sein, die verflüssigten Stickstoff oder verflüssigtes Argon enthalten. Die Druckleitungen 14 bzw. 14' können nun mit einer Reihe von Druck-Temperatur- und Durchfluß-Überwachungsgeräten 27, 28 in Verbindung stehen, so daß vor und während des Prozesses der Zustrom von Gas zu den Düsen 11, 11' bzw. 12 genau überwacht und über die Hochdruckpumpen 29, 30 bzw. die Absperrorgane 31 bis 36 geregelt werden kann.

Vier senkrecht zueinander angeordnete Flachstrahl- oder Rundstrahldüsen (Vollstrahldüsen) 11, 12, ... mit einer Düsenöffnung von 0,5 bis 2 mm werden in ihren Halterungen so eingestellt, daß sie erstens einen Winkel zwischen 30 bis 90 Grad gegen die Vertikale bilden,

zweitens auf die Achse A des Verdüsingsturms 8, in der sich auch die Auslauföffnung 6 des Tiegels 5 befindet, zielen und drittens mindestens jeweils zwei der Flachstrahlen 11, 12, ... sich in einer Linie schneiden (bei Vollstrahldüsen in einem Fleck), die einen möglichst geringen Abstand von der Achse des Verdüsingsturms 8 haben. Hierdurch wird verhindert, daß der Schmelzenstrahl 23 an den Flachstrahlen vorbeifallen kann.

In einer Schmelzkammer 3, in der sich ein Tiegel 5 mit einer Austrittsdüse (2 bis 8 mm Durchmesser) am Boden befindet, die durch eine Stopfenstange verschlossen ist, wird eine Aluminiumlegierung geschmolzen. Die Schmelzkammer 3 befindet sich über dem Verdüsingsturm 8 und ist gegen diesen thermisch isoliert. Der Ver-

düsungsraum 24 ist durch eine Membrane 25 verschlossen.

Der Verdüsungsraum 24 wird durch Einspritzen von tiefstendem verflüssigtem Argongas so lange gekühlt, bis sich am Boden des Verdüsungsraums 24 flüssiges Argon absetzt. Das beim Kühlen der Anlage verdampfte Argon verdrängt die Luft im Verdüsungsraum 24 und schafft eine inerte Atmosphäre.

Bei der Verdüsung wird die Schmelze, nachdem die Stopfenstange (nicht näher dargestellt) gezogen wurde, in einer Auslauföffnung 6 zu einem feinen, gleichmäßigen und stabil fließenden Schmelzenstrahl 23 geformt, der auf die Membrane 25 fällt, diese schmilzt und dann in den Verdüsungsraum 24 fällt. Die Verdüsungsgeschwindigkeit beträgt ca. 4 kg Schmelze/min; hierzu werden ca. 300 l/min flüssiges Argon verwendet. Das Argon wird auf ca. 250 bar komprimiert und vor der Auslauföffnung unter die Siedetemperatur bei Normaldruck gekühlt. Das bei der Verdüsung verdampfte Gas wird abgeführt und in einem oder mehreren Zyklen 16 von mitgerissenen feinen Pulverteilchen (0,5–10 µm) getrennt, wobei die Pulverteilchen gleichzeitig klassiert werden können.

Am Boden der Verdüsungsanlage bildet sich ein Sumpf 26 aus flüssigem Gas und gröberen Teilchen (typischerweise größer 10 µm). Nach der Verdüsung und nach Absetzen der Teilchen kann das flüssige Gas über die Saugleitung 22 abgezogen und das Pulver aus dem Pulver-Sammler 20, dem Auffangbehälter 10 und dem Zyklon 16 entnommen werden.

Beim Verdüszen von Schmelzen aus Eisenlegierungen werden vier senkrecht zueinander angeordnete Flachstrahldüsen mit einer Düsenöffnung von 0,5 bis 2 mm eingestellt, daß sie erstens einen Winkel zwischen 90 bis 30 Grad gegen die Vertikale bilden, zweitens auf die Achse des Verdüsungsturms 8, in der sich auch die Auslauföffnung 6 des Tiegels 5 befindet, zielen und drittens mindestens jeweils zwei der Flachstrahlen in einer Linie schneiden, die einen möglichst geringen Abstand von der Achse des Verdüsungsturms 8 haben.

Der Verdüsungsraum 24 wird durch Einspritzen von tiefstendem verflüssigtem Stickstoff so lange abgekühlt, bis sich am Boden des Verdüsungsraums 24 flüssiger Stickstoff absetzt. Der beim Kühlen der Anlage verdampfte Stickstoff verdrängt die Luft im Verdüsungsraum 24 und schafft eine Schutzgasatmosphäre.

Die Eisenlegierung wird erschmolzen und in einen vorgeheizten Tiegel 5, der eine Austrittsöffnung 6 (2 bis 8 mm Durchmesser) am Boden aufweist, gegossen. Der Tiegel 5 befindet sich über dem Verdüsungsturm 8 und ist gegen diesen thermisch isoliert. Der Verdüsungsraum 24 ist durch eine Membrane 25 verschlossen.

Die Schmelze wird in der Austrittsöffnung 6 zu einem feinen, gleichmäßigen und stabil fließenden Schmelzenstrahl 23 geformt, der auf die Membrane 25 fällt, diese schmilzt und in den Verdüsungsraum 24 fällt. Die Verdüsungsgeschwindigkeit beträgt ca. 8 kg Schmelze/min; hierzu werden ca. 300 l/min flüssiger Stickstoff verwendet. Der Stickstoff wird auf ca. 600 bar komprimiert und vor den Düsen 11, 12, ... auf eine Temperatur unter, 60 gleich oder nahe der Siedetemperatur bei Normaldruck gekühlt.

Das bei der Verdüsung verdampfte Gas wird abgeführt und in einem oder mehreren Zyklen 16 von mitgerissenen feinen Pulverteilchen (0,5–10 µm) getrennt, wobei die Pulverteilchen gleichzeitig klassiert werden können.

Am Boden der Verdüsungsanlage bildet sich ein

Sumpf 26 aus flüssigem Gas und gröberen Teilchen (typischerweise größer 10 µm). Nach der Verdüsung und nach Absetzen der Teilchen kann das flüssige Gas abge lassen und das Pulver entnommen werden.

Auflistung der Einzelteile:

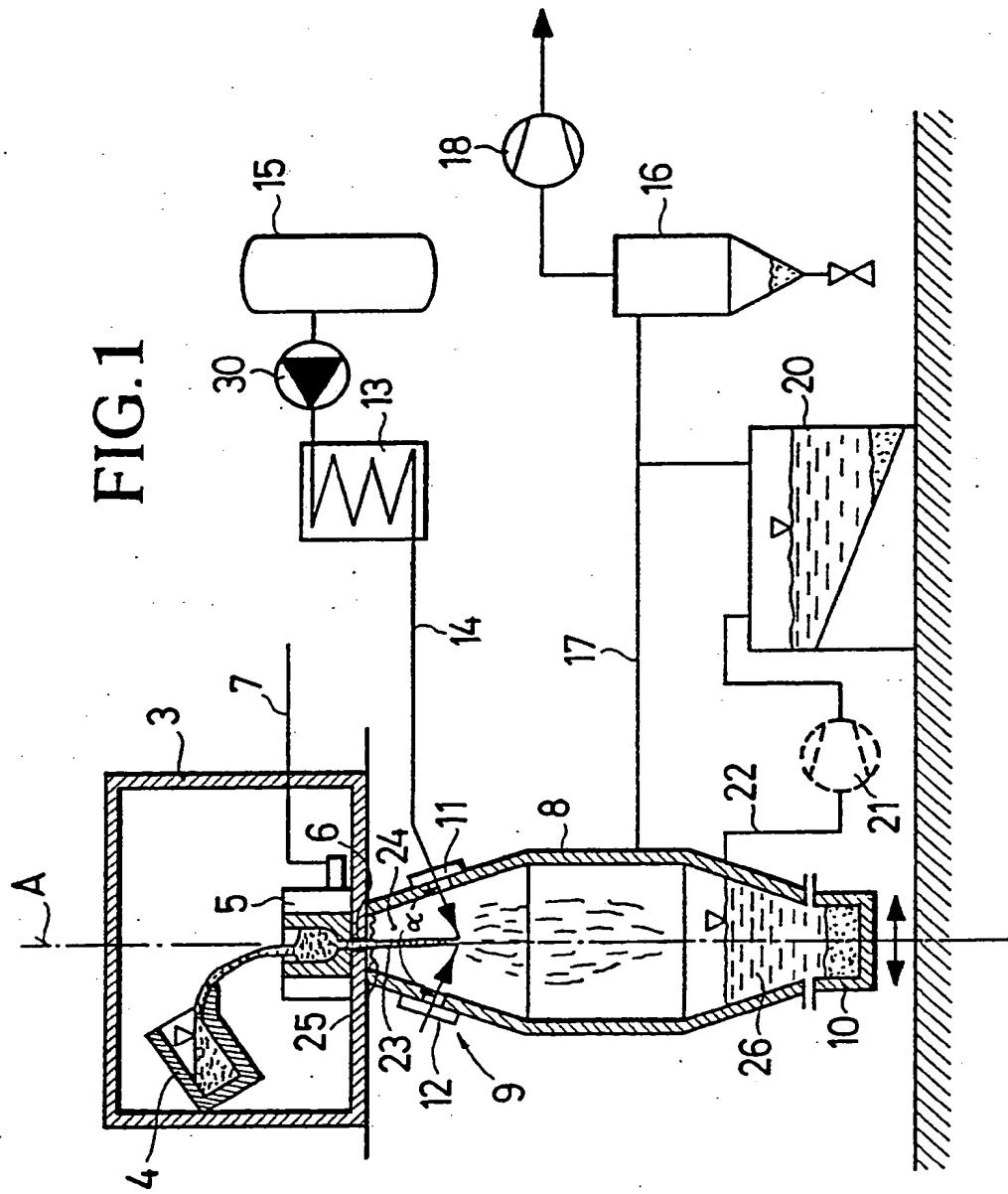
- 3 Schmelzkammer
- 4 Schmelzvorrichtung
- 5 beheizter Tiegel
- 6 Auslauföffnung
- 7 Stromzuführung
- 8 Verdüsungsturm
- 9 Zerstäubungsvorrichtung
- 10 Auffangbehälter
- 11 Düse
- 12 Düse
- 13 Kühler
- 14 Druckleitung
- 15 Gas-Vorratsbehälter
- 16 Zyklon
- 17 Absaugleitung
- 18 Abaugpumpe
- 19 Pulversammler
- 20 Pulversammler
- 21 Saugpumpe
- 22 Saugleitung
- 23 Schmelzstrahl
- 24 Verdüsungsraum
- 25 Membrane
- 26 Sumpf
- 27 Durchflußmeßgerät
- 28 Druckmeßstelle
- 29 Hochdruckpumpe
- 30 Hochdruckpumpe
- 31–36 Absperrorgan
- 37 Stromzuführung

Nummer:  
Int. Cl. 4:  
Anmeldetag:  
Offenlegungstag:

37 30 147  
B 01 J 2/04  
9. September 1987  
23. März 1989  
76

3730147

FIG. 1



ORIGINAL INSPECTED

908 812/148

3730147

FIG. 2

